

DERWENT-ACC-NO: 1990-175348
DERWENT-WEEK: 199911
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Purification of natural wax - by dissolving in organic solvent and treating with adsorbent

PATENT-ASSIGNEE: NODA WAX KK[NODAN]

PRIORITY-DATA: 1988JP-0267194 (October 25, 1988) , 1997JP-0180957 (October 25, 1988)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	
MAIN-IPC				
JP 2855116 B2	February 10, 1999	N/A	004	C11B
011/00				
JP 02115299 A	April 27, 1990	N/A	006	N/A
JP 2719158 B2	February 25, 1998	N/A	004	C11B
011/00				
JP 10060473 A	March 3, 1998	N/A	004	C11B
011/00				

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 2855116B2	Div ex	1988JP-0267194	October 25,
1988			
JP 2855116B2	N/A	1997JP-0180957	October 25,
1988			
JP 2855116B2	Previous Publ.	JP10060473	N/A
JP02115299A	N/A	1988JP-0267194	October 25,
1988			
JP 2719158B2	N/A	1988JP-0267194	October 25,
1988			
JP 2719158B2	Previous Publ.	JP 2115299	N/A
JP10060473A	Div ex	1988JP-0267194	October 25,
1988			
JP10060473A	N/A	1997JP-0180957	October 25,
1988			

INT-CL_(IPC): C11B003/10; C11B011/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP02115299A

BASIC-ABSTRACT: Crude natural wax is dissolved in an organic solvent and treated with an adsorbent.

The organic solvent is pref. one of methanol, ethanol, isopropanol, n-hexene, cyclohexane, and n-heptane. The adsorbent is pref. activated charcoal, silica gel, or activated clay.

USE/ADVANTAGE - A wide variety of materials, such as sugar cane wax, are bleached and deodourised effectively. The prod. obtd. is thermally stable, causing no colour-returning phenomena. The method is simple and easy. The raw materials are easily available in quantities.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS:

PURIFICATION NATURAL WAX DISSOLVE ORGANIC SOLVENT TREAT ADSORB

DERWENT-CLASS: D17 D21 D23

CPI-CODES: D08-B; D10-B01; D06-C; D10-A02; D10-B;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1990-076352

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)4月27日

C 11 B 11/00

7106-4H

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全6頁)

⑭ 発明の名称 天然ワックスの精製法

⑯ 特 願 昭63-267194

⑰ 出 願 昭63(1988)10月25日

⑱ 発 明 者 古 賀 直 一 神奈川県相模原市東林間2-6-1 ハイッホンダ2A
⑲ 出 願 人 株式会社野田ワックス 神奈川県厚木市中町2丁目1-24 柳田ビル
⑳ 代 理 人 弁理士 佐々木 功

明 細 書

1. 発明の名称

天然ワックスの精製法

2. 特許請求の範囲

(1) 粗天然ワックスを有機溶剤に溶解させ、次いで吸着剤により処理することを特徴とする、天然ワックスの精製法。

(2) 粗天然ワックスが粗シュガーケンワックスであることを特徴とする、請求項(1)に記載の天然ワックスの精製法。

(3) 有機溶剤がメタノール、エタノール、イソプロパノール、n-ヘキサン、シクロヘキサン及びn-ヘプタンから選択されたものであることを特徴とする、請求項(1)に記載の天然ワックスの精製法。

(4) 吸着剤が活性炭、シリカゲル及び活性白土から選択されたものであることを特徴とする、請求項(1)又は(2)に記載の天然ワックスの精製法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は天然ワックスの精製法に係り、専一的ではないが、殊に資源的に豊富なサトウキビ由来のワックスであるシュガーケンワックスを精製するために利用することができる。

(従来の技術)

ワックス類は、主として助剤として使用されるために、最終製品を損なわしめるものであってはならず、従って基本的には、白色(無色)であって且つ無臭であることが望ましい。例えば、色が要件となる口紅やインキ類に使用するワックスが着色していると製品色に所謂「クスマ」が生じてしまうために、その使用量が著しく制限されたり、使用不可能となる場合があり、又天然ワックスは固有の臭気を有しているために、化粧品、食品等の分野では製品のイメージダウンになるものとして使用されない場合が多いのである。

即ち、天然ワックスは使用安全性に優れており、又物性面において融点が高く、強度や硬度が



優れているにも拘らず、有色且つ有臭であるために利用分野や使用量に制限を受け、その代替物としてのパラフィン系炭化水素の方が大量に使用されているのが実情である。しかしながら、パラフィン系炭化水素は石油製品であり、従って安全性やイメージにおいて好ましいものとは云えず、又物性面でも物足らない点があるために、各種の業界から白色且つ無臭の天然ワックスが要望されている。

天然ワックスとしてはカルナウバワックス、蜜蝋、キャンデリラワックス、ライスワックス、モンタンワックス、シュガーケンワックス、イボタ蠟、ホホバ油、木蠟、ウルシ蠟、ラノリン、鯨蠟等があるが、サトウキビ由来のワックスであるシュガーケンワックスは資源的にも、生産安定性の面でも優れているので、このシュガーケンワックスに関連して説明する。

粗シュガーケンワックスは、収穫されたサトウキビを圧搾して糖液分を搾出したサトウキビ残渣(通例、家畜の餌として使用されており、ワック

スとしてワックス分を濾取する。得られたワックス分から有機溶剤を蒸留回収して粗シュガーケンワックスを得る。尚、大部分の有機溶剤は濾液を蒸留することにより回収される。

即ち、シュガーケンワックスは、通常の抽出法である熱水抽出法を用いた場合に抽出効率が低く、従って、上述のように溶剤抽出法が採用されており、これによってワックス分の収量については向上するが、同時に不純物の混入量も増加するために精製の困難なワックスとされている。上記の粗シュガーケンワックスは茶色(JIS Z 8102による色相: 5YR 3/5、暗い黄赤)を呈しており、臭気も甚だ強い。

従来技術方法によれば、粗シュガーケンワックスの精製は酸化クロム、過酸化水素等の過酸化物を用いたり、酸やアルカリを用いたり、塩素系漂白剤(例えば次亜塩素酸ナトリウム)を用いたり、空気酸化やオゾン酸化を行う、所謂「漂白」により実施されてきた。

(発明が解決しようとする課題及び発明の目的)

ス原料としては利用されていない)を原料とし、下記のようにして製造することができる[Albin H. Warth「The Chemistry and Technology of Waxes」2nd Edition, Reinhold Publishing Corporation, U.S.A.]。

即ち、サトウキビ残渣を充分に乾燥させた後に、細碎し、沸点が95 - 105℃の石油ナフサを上記の細碎物に対して約10倍容添加し、煮沸し、濾過して固形分(サトウキビ残渣)と液分(ナフサ抽出物)とに分離し、次いでナフサ抽出物からナフサを蒸留回収することにより固状の残留物を得る。この残留物はワックス分の他にオイル分、樹脂分、ピッチ等のタール分を含有しているので、これらを分離する。このためには、先ず上記の固状残留物をエタノール、イソプロパノール、アセトン、ブチルアルコール等の有機溶剤に添加し、加熱して溶解させた後に、約75℃の温度条件下において濾過することにより黒色のタール分を濾別する。濾液を冷却するとワックス分が析出してくるので、常温迄冷却させた後に濾

天然ワックスは有色且つ有臭であり、従って利用分野や使用量が制限される場合がある点に問題があった。

一方、従来技術の漂白処理により得られる精製シュガーケンワックスは何れも黄色を呈しており[因に酸化クロム処理した従来の精製シュガーケンワックスはJIS Z 8102による色相が3Y 7/6(辛子色)]、又従来技術による精製シュガーケンワックスは何れも熱安定性が低く、100℃、30分間の熱処理で色戻り現象が生じて黄色から粗シュガーケンワックスの色調である茶色に変色してしまうために利用分野が限定される点に問題があり、又特有の臭気を除去できないために、利用分野が更に限定され、殊に食品や化粧品の分野において使用不可能とされてきた。

従って、本発明の基本的な目的は、天然ワックスを精製して白色且つ無臭なものとなすことにより、天然ワックスの利用分野を拡張することにある。

本発明の特定目的は、資源的に豊富であり且つ

生産安定性に優れたシュガーケンワックスを精製して白色且つ無臭なものとなすと共に、色戻り現象が生じないようになすことによってシュガーケンワックスの利用分野を著しく拡張することにある。

(課題を解決し、目的を達成する手段及び作用)

本発明によれば、上記の課題は、粗天然ワックスを有機溶剤に溶解させ、次いで吸着剤により処理することの特徴とする、天然ワックスの精製法により解決されると共に、上記の目的が達成される。

本発明による精製法は、各種の天然ワックスに適用することができるが、殊にシュガーケンワックスの脱色と脱臭とを同時に行うために適用することができる。

粗シュガーケンワックス等の粗天然ワックスを溶解させるための有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロパノール等のアルコール類や n-ヘキサン、i-ヘプタン、n-オクタン、シクロヘキサン等の炭化水素類を用いることがで

るためと考えられる。アルコール類と活性炭との組合せで、脱色及び脱臭が最も良好に行われるのは、エタノールと活性炭とを組合わせた場合である。尚、アルコール類とシリカゲル又は活性白土とを組合わせた場合には、脱臭は可能となる場合があるが、脱色に関しては所期の目的を達成し得ない。

一方、低極性溶剤である炭化水素類を有機溶剤として選択した場合には、吸着剤として活性炭、シリカゲル又は活性白土を用いることができる。この場合には、有機溶剤に選択性があり、これらの吸着剤と n-ヘキサン、シクロヘキサン又は i-ヘプタンとの組合せが粗シュガーケンワックスの脱色及び脱臭に有効であり、シリカゲルと n-ヘキサンとを組合わせた場合及び酸性白土と i-ヘプタンとを組合わせた場合に極めて良好な結果が得られる。

(実施例等)

次に、試験例及び実施例により本発明を更に詳細に説明する。

き、実際の溶解操作は粗天然ワックスにこれらの有機溶剤を添加し、例えば水浴上で加熱することにより行われる。一方、脱色及び脱臭用の吸着剤としては活性炭、シリカゲル、活性白土(酸性、中性又はアルカリ性白土)、活性アルミナ等を使用することができるが、処理対象が粗シュガーケンワックスの場合には活性炭、シリカゲル又は活性白土を用いるのが好ましく、活性アルミナでは所期の目的を達成することができない。

本発明方法において使用される有機溶剤と吸着剤との組合せの基本原理は、処理対象が粗シュガーケンワックスの場合において、下記の通りである。

まず、高極性溶剤であるアルコール類を有機溶剤として選択した場合には、吸着剤として活性炭を用いるのが有利である。これは、活性炭が高い低極性物質吸着能を有しているために、粗シュガーケンワックスを高極性物質であるアルコールに溶解させることによって、粗シュガーケンワックス中の低極性物質が活性炭に選択的に吸着され

実施例 1 (キャンデリラワックスの精製)

粗キャンデリラワックス 100g に対して 2 リットルの 99.5% のイソプロパノール水溶液を添加し、水浴上で約 30 分間加熱した。

原料ワックスが十分に溶解したことを確認した後に、粉末活性炭 50g を徐々に添加し、該活性炭の添加終了後に更に 30 分間水浴上で且つ攪拌しながら加熱した後に濾過することにより活性炭を濾別した。

その後、減圧蒸留によりイソプロパノールを除去回収し且つ水分を除去して精製キャンデリラワックスを 90g 得た。

この精製キャンデリラワックス(被験品)の物性等を、原料としての粗キャンデリラワックス(対照品 1)及び従来技術による精製キャンデリラワックス(対照品 2、次亜塩素酸ナトリウムにより処理したもの)の物性等と比較して示せば、下記の表 1 に示される通りである。



表 1

	被験品	対照品 1	対照品 2
融点 (°C)	72	70	72
酸価	15	24	23
鹼化価	50	65	65
沃素価	10	24	20
硬度 (a)	1	2	2
比重	0.985	0.982	0.981
色相 (b)	白	茶	黄

表 1 において、

(a) : JIS K2235 による針入度 (測定温度は 25°C、

(b) : 色相については次の通り

白 : JIS Z 8102, 2.5Y 8.5/1.5

(アイボリー)。

茶 : JIS Z 8102, 5YR 3/5 (暗い黄赤)。

黄 : JIS Z 8102, 3Y 7/6 (辛子色)。

表 2

	活性炭	シリカゲル	活性白土	活性アルミナ
クロロホルム	×	×	×	×
ベンゼン	×	×	×	×
アセトン	×	×	×	×
エチルエーテル	×	×	×	×
エタノール	△	×	×	×
イソプロパノール	○	×	×	×
トルエン	×	×	×	×
n-ヘキサン	○	○	○	×
シクロヘキサン	○	○	○	×
n-ヘプタン	○	○	○	×

表 2 において、

○ : 脱色できた、

△ : 脱色により極く薄い黄色になった (「脱色できた」に準ずる)。

× : 脱色されず。

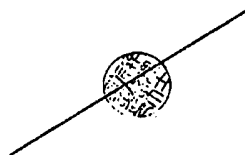
比較例 1 (有機溶剤と吸着剤とが脱色効果に及ぼす影響)

粗シュガーケンワックス 100g に対して 2 リットルの各種有機溶剤を添加し、水浴上で約 1 時間加熱した。

シュガーケンワックスが十分に溶解したことを確認した後に、各種の吸着剤を徐々に 100g 添加し、次いで再び水浴上で且つ攪拌しながら加熱した後に、50°C 迄冷却し、濾過することにより吸着剤を濾別した。

その後に、減圧蒸留により有機溶剤を除去回収して精製シュガーケンワックスを得た。

このようにして得た各精製ワックス試料につき、目視観察により、脱色効果に及ぼす有機溶剤と吸着剤との関係を調べた結果は、下記の表 2 に示される通りであった。



実施例 2

粗シュガーケンワックス 100g に対して 2 リットルの n-ヘキサンを添加し、水浴上で約 1 時間加熱した。

シュガーケンワックスが十分に溶解したことを確認した後に、シリカゲル 100g を徐々に添加し、次いで再び水浴上で且つ攪拌しながら 30 分間加熱した後に、50°C 迄冷却し、濾過することによりシリカゲルを濾別した。

得られたワックス溶液は n-ヘキサンを含有しているため、減圧蒸留によりこの溶剤を除去回収して精製シュガーケンワックス (85g) を得た。

この精製シュガーケンワックスの臭気は無臭に近いものであった。

実施例 3

粗シュガーケンワックス 100g に対して 2 リットルの n-ヘプタンを添加し、水浴上で約 1 時間加熱した。

シュガーケンワックスが十分に溶解したことを確認した後に、酸性白土 100g を徐々に添加し、

次いで再び水浴上で且つ攪拌しながら 30 分間加熱した後に、50℃ 迄冷却し、濾過することにより酸性白土を濾別した。

得られたワックス溶液は α -ヘプタンを含有しているので、減圧蒸留によりこの溶剤を除去回収して精製シュガーケンワックス (90%) を得た。

この精製シュガーケンワックスの臭気は無臭に近いものであった。

実施例 4

粗シュガーケンワックス 100g に対して 1.5 リットルの 99.5% エタノール水溶液を添加し、水浴上で約 1 時間加熱した。

シュガーケンワックスが充分に溶解したことを確認した後に、粉末活性炭 50g を徐々に添加し、次いで再び水浴上で且つ攪拌しながら 30 分間加熱した後に、50℃ 迄冷却し、濾過することにより活性炭を濾別した。

得られたワックス溶液はエタノールを含有しているので、減圧蒸留によりこの溶剤を除去回収して精製シュガーケンワックス (88%) を得た。

沃素価	40	.3	7.8	5.5	6.5
硬度 (a)	6	7	5	3	2
比重 (b)	.972	.977	.968	.970	.965
色相 (c)	茶	黄	白	白	薄黄

表 3 中において、

対照 1 : 各実施例において原料として用いられた粗シュガーケンワックス、

対照 2 : 従来技術による精製シュガーケンワックス (酸化クロム処理品)

(a) : JIS K2235 による針入度 (測定温度は 25℃)、

(b) : 測定温度は 20℃、

(c) : 色相については次の通り

茶 : JIS Z 8102, 5YR 3/5 (暗い黄赤)、

黄 : JIS Z 8102, 3Y 7/6 (辛子色)、

この精製シュガーケンワックスの臭気は無臭に近いものであった。

試験例 2 (シュガーケンワックスの物性)

原料である粗シュガーケンワックス、従来法により精製したシュガーケンワックス及び上記の実施例 2 - 4 に記載の方法により精製された各シュガーケンワックスを試料として、物性を調べた結果は下記の表 3 に示される通りであった。

表 3

試料	対 照		実 施 例		
	1	2	2	3	4
融点 (℃)	72	74	74	75	75
酸価	47	134	5	2.7	3
鹼化価	148	150	72	60	55

白 : JIS Z 8102, 2.5Y 8.5/1.5

(アイボリー)、

薄黄 : JIS Z 8102, 5Y 9/3 (極く薄い黄)、

尚、従来技術による精製シュガーケンワックス (対照 2) 及び本発明方法による精製シュガーケンワックス (実施例 2 - 4) を被験試料とし、各試料を加熱して融解させ、100℃ において 30 分間保持した処、対照 2 の試料は変色して未処理の粗シュガーケンワックス (対照 1) の色相と同様な色相になったが、実施例 2 - 4 による各試料に関しては変色が生じず、冷後においても変色は認められなかった。

(発明の効果)

天然ワックスは人体に対する安全性が高く且つ物性面において優れているにも拘らず、有色且つ有臭であるために、又脱色及び脱臭に費用を要するために利用用途や使用量において制限を受ける場合があり、殊にシュガーケンワックスはサトウキビを原料としているので資源的に豊富であり且つ生産性が安定していると言う付加的利点がある

にも拘らず、有色且つ有臭であるために、又従来技術による精製法では熱安定性が低く色戻り現象が生ずるために利用用途や使用量において著しい制限を受けてきたが、本発明の精製法よれば、有機溶剤に溶解させた後に吸着剤で処理すると云う簡便な操作で、シュガーケンワックスを含め天然ワックスの脱色と脱臭とを同時に実施することができる。

尚、粗シュガーケンワックスを対象として、本発明方法により処理すれば、得られる精製品は白色且つ無臭であり、従ってシュガーケンワックスの利用分野として従来考えも及ばなかった食品分野や化粧品分野においてさへ用いることが可能となり、又熱安定性が高く色戻り現象を生じないので、熱処理が必要とされる分野においても利用することが可能となる。

特許出願人 株式会社 野田ワックス
代理人 弁理士 佐々木 功

